

Organisch-chemisches Praktikum für Studierende des Lehramts

WS 08/09

Praktikumsleitung: Dr. Reiß

Assistent: Jan Schäfer

Name: Sarah Henkel

Datum: 19.12.2008

Gruppe 12: Farb- und Wirkstoffe

Versuch: Herstellung von Indigo (Pflicht)

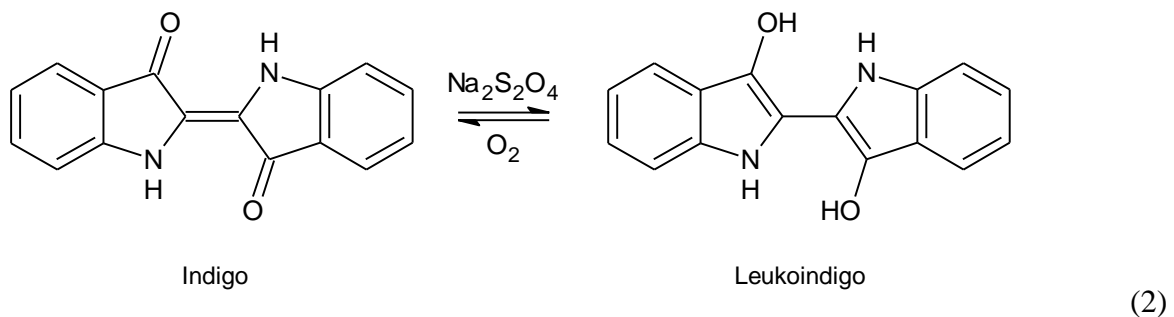
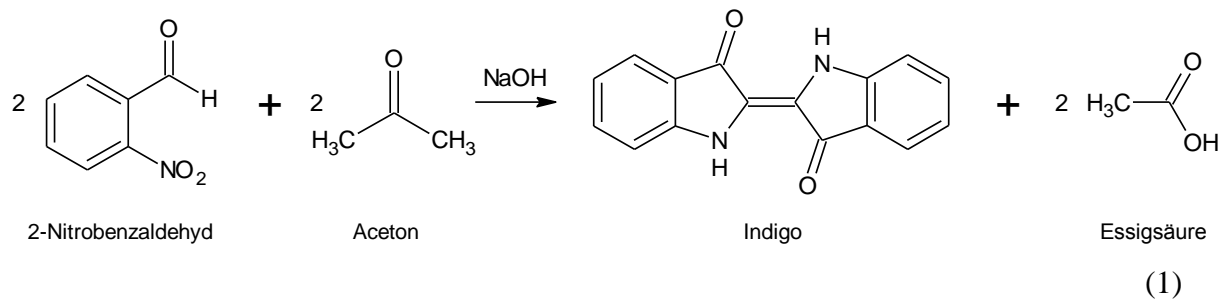
Zeitbedarf

Vorbereitung: 5 Minuten

Durchführung: 20 Minuten

Nachbereitung: 5 Minuten

Reaktionsgleichung



Chemikalien

Tab. 1: Verwendete Chemikalien.

Eingesetzte Stoffe	Formel	Menge	R-Sätze	S-Sätze	Gefahrensymbole	Schuleinsatz
2-Nitrobenzaldehyd	$(\text{NO}_2)\text{C}_6\text{H}_4\text{CHO}$	2 g	22-36/37/38	26	Xn	Keine Angaben (vermutlich S I)
Aceton	CH_3COCH_3	20 mL	11-36-66-67	2-9-16-26	F, Xi	S I
Natronlauge (c = 1 mol/L)	$\text{NaOH}_{(\text{aq})}$	8 mL	34	26-36/37/39-45	C	S I
Natriumhydroxid-Plättchen	NaOH	12 Plättchen	34	26-36/37/39-45	C	S I
Natriumdithionit	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$	5 g	7-22-31	2-7/8-26-28-43	Xn	S I
Destilliertes Wasser	H_2O	50 mL	-	-	-	S I

Geräte

- Erlenmeyerkolben (100 mL)
- Messzylinder (10 mL)
- Pipette (10 mL)
- Kochtöpfe oder große Bechergläser zum Färben
- Wasserstrahlvakuumpumpe
- Kleine Nutsche mit Zubehör
- Spatel
- Thermometer
- Glasstab

Aufbau

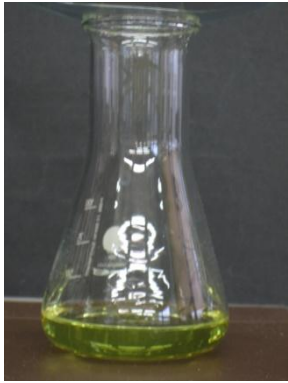


Abb. 1: 2-Nitrobenzaldehyd
Gelöst in Aceton.

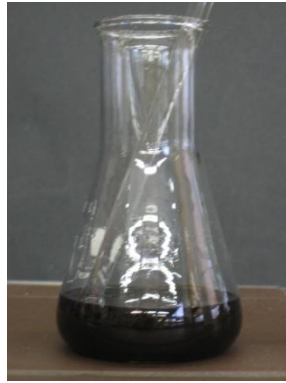


Abb. 2: Blaufärbung nach
Zugabe der Natronlauge.

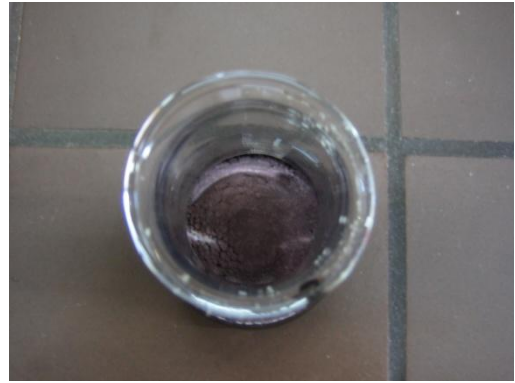


Abb. 3: Violett-schimmernde Kristalle.



Abb. 4: Der Feststoff Indigo.



Abb. 5: Mit Natriumdithionit
Versetzte Lösung (noch blau).



Abb. 6: Leuko-Indigo.



Abb. 7: Färbebad der
Küpenlösung.

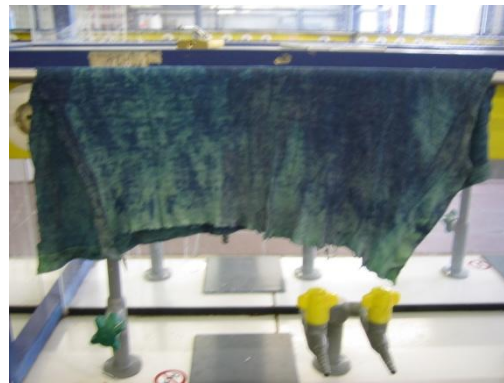


Abb. 8: An der Luft oxidierendes Indigo.



Abb. 9: Mit Indigo gefärbter Stoff.

Durchführung

Herstellung von Indigo:

In einem 100 mL Erlenmeyerkolben werden 2 g 2-Nitrobenzaldehyd (ortho-Nitrobenzaldehyd) in 20 mL Aceton gelöst und dann mit 10 mL destilliertem Wasser versetzt. Nach dem Mischen werden 8 mL Natronlauge ($c = 1 \text{ mol/L}$) dazu gegeben und mit einem Glasstab gut umgerührt. Nach etwa 5 Minuten fällt der Indigo aus und kann mit einer Nutsche und einer Wasserstrahlpumpe abfiltriert werden.

Färbevorgang:

Der Indigo, der zuvor gewonnen wurde, wird zurück in den Erlenmeyerkolben gegeben und mit 40 mL destilliertem Wasser, 5 g Natriumdithionit und 12 Plättchen Natriumhydroxid versetzt. Das Gemisch wird vorsichtig auf $80 \text{ }^\circ\text{C}$ erhitzt (Temperaturkontrolle). Es wird solange gewartet, bis die blaue Farbe verschwunden ist. In der Zwischenzeit wird ein großes Becherglas oder ein Topf mit soviel heißem Wasser bereitet, dass die Textilien gerade untergetaucht werden können. Anschließend wird die Leuko-Indigo-Lösung in das Becherglas gegeben und bis zum Sieden erhitzt.

Nach fünf Minuten haben die Textilien die Farbe angenommen und können ausgewrungen und aus dem Bad genommen werden. Sie werden dann zum Trocknen auf eine Wäscheleine gehängt. Vor dem Tragen muss überschüssiges Indigo, das sich noch im Gewebe befindet gründlich ausgewaschen werden.

Beobachtung

2-Nitrobenzaldehyd löst sich mit gelber Farbe in Aceton. Nach der Zugabe von Natronlauge bildet sich sofort eine dunkelblaue bis schwarze Lösung. In der Lösung sind einige violett

glänzende Kristalle zu sehen. Beim Erhitzen mit Natriumdithionit und Natriumhydroxid ist zunächst keine Änderung zu erkennen. Nach einiger Zeit bildet sich jedoch die blaue Farbe zurück. Das Leuko-Indigo bildet mit dem heißen Wasser eine gelbe Farblösung, die einen blauen oberen Rand enthält. Der Stoff färbt sich beim Herausnehmen sofort blau. Die Intensivierung der Farbe kommt nach einiger Zeit. Mit Wasser lässt sich nur ein Überschuss des Farbstoffes entfernen, ansonsten ist er waschfest.

Entsorgung

Das Filtrat wird neutral in die organischen Lösungsmittelabfälle entsorgt. Der als Feststoff ausgefallene Indigo kann nach dem Abfiltrieren entweder zum Färben verwendet werden oder in der Feststofftonne entsorgt werden. Die restliche Farbstofflösung kann nach dem Färben neutral in den Abguss gegeben werden.

Fachliche Auswertung der Versuchsergebnisse

Indigo ist das älteste bekannte Derivat des Indols. Es ist ein blauer Farbstoff, der vor mehreren Jahrtausenden durch Hydrolyse und anschließende Luftoxidation von Indican gewonnen wurde. Es wurde schon damals als lichtechter, blauer Farbstoff geschätzt.

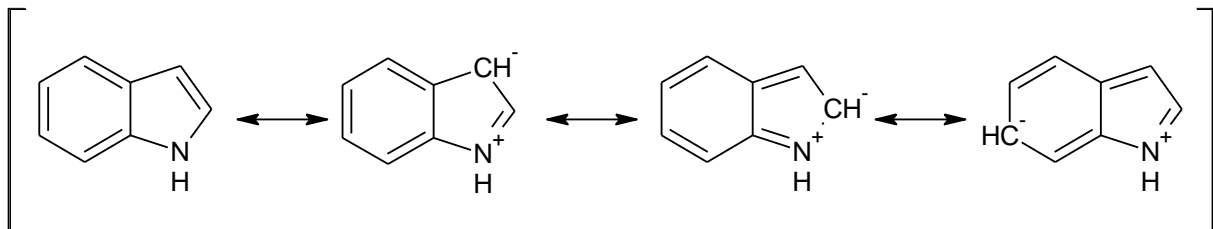


Abb. 10: Resonanz-Strukturen des Indol-Moleküls.

Indican ist das β -Glucosid des Indoxyls und kommt in den Stauden der *Indigofera* (tropische Indigopflanze) vor. Diese Pflanze ist in Indien, China und dem tropischen Afrika zu Hause. In Europa verwendete man zur Gewinnung des Indigos den Färberwaid (*Isatis tinctoria*). Der Unterschied des Indigos, der aus diesen beiden Pflanzen gewonnen wird, liegt im Blauton. Die Farbe des Indigos aus Färberwaid ist etwas stumpfer und trüber. Erst im 19. Jahrhundert erkannte man eine Verbindung zwischen diesen beiden Pflanzenarten.



Abb. 11: Indigofera. [6]



Abb. 12: Färberwaid. [7]

In Erfurt wurde der Waidhandel so erfolgreich betrieben, dass die Gründung der Universität im Jahre 1392 möglich wurde. Der in Thüringen hergestellte Indigo aus Färberwaid wurde nach Sachsen oder nach Köln (Tuchstadt) transportiert. Über die Hafenstädte gelang der Indigo nach Holland und England. Nachdem jedoch holländische Seefahrer begannen, den Indigo aus Indien zu importieren, litt der europäische Indigohandel stark darunter. Aus der asiatischen Indigopflanze konnte mehr Farbstoff isoliert werden, weshalb dieser auch preisgünstiger war.

Das in der Indigo-Pflanze enthaltene Indican muss für die Indigogewinnung zunächst gären. Bei dieser Gärung entsteht Indoxyl und Traubenzucker. Indigo entsteht dann wiederum aus der Oxidation zweier Indoxylmoleküle.

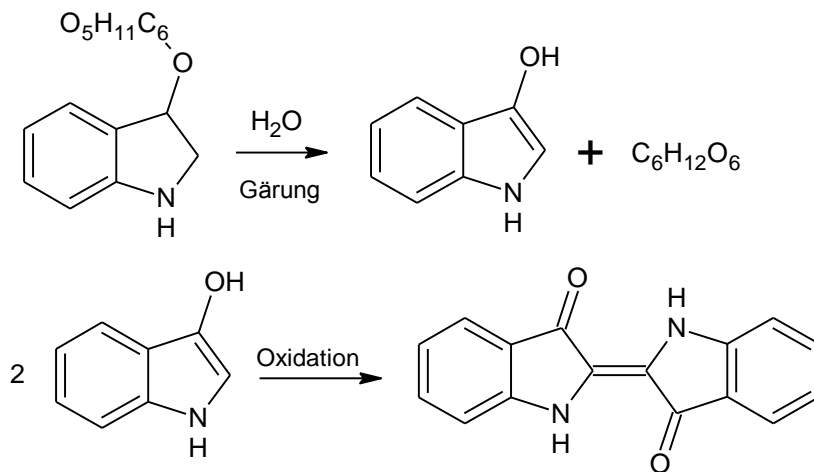


Abb. 13: Gärung und Oxidation des Indicans zu Indigo.

Heute wird Indigo nicht mehr aus den Pflanzen gewonnen, sondern auf synthetische Art und Weise hergestellt. Adolf von Baeyer war der erste, der Indigo 1880 synthetisch herstellte. Dieser kam durch die Badische Anilin- und Sodafabrik (BASF) in den Handel. Aus

wirtschaftlichen Gründen kam es jedoch nicht zur technischen Anwendung. Heute wird Indigo durch die Anwendung der Heumann-Synthese gewonnen. Der Marktanteil des natürlichen Indigos ging mit der Zeit stark zurück.

Synthetisch hergestelltes Indigo wird heutzutage zum Färben von Jeanshosen weltweit verwendet. Jeanshosen galten früher als Arbeitshosen für die Goldgräber in Kalifornien, die aus reißfestem Baumwollstoff hergestellt wurden. Sie wurden dann aber zum modischen Kleidungsstück auf der ganzen Welt. Indigo wurde neben dem Färben von Jeans auch für Teppiche, Kleider und Tongefäße verwendet. Sogar als Schminke für die Lippen diente es einigen Volksstämmen in Südamerika. In Julius Cäsars „De bello gallico“ soll es heißen, dass die Kelten Indigo als Kriegsbemalung für den ganzen Körper verwendeten. Die Strukturformel des Indigos lässt erkennen, dass im Molekül zwei intramolekulare Wasserstoffbrückenbindungen vorhanden sind.

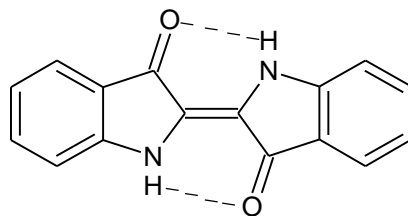
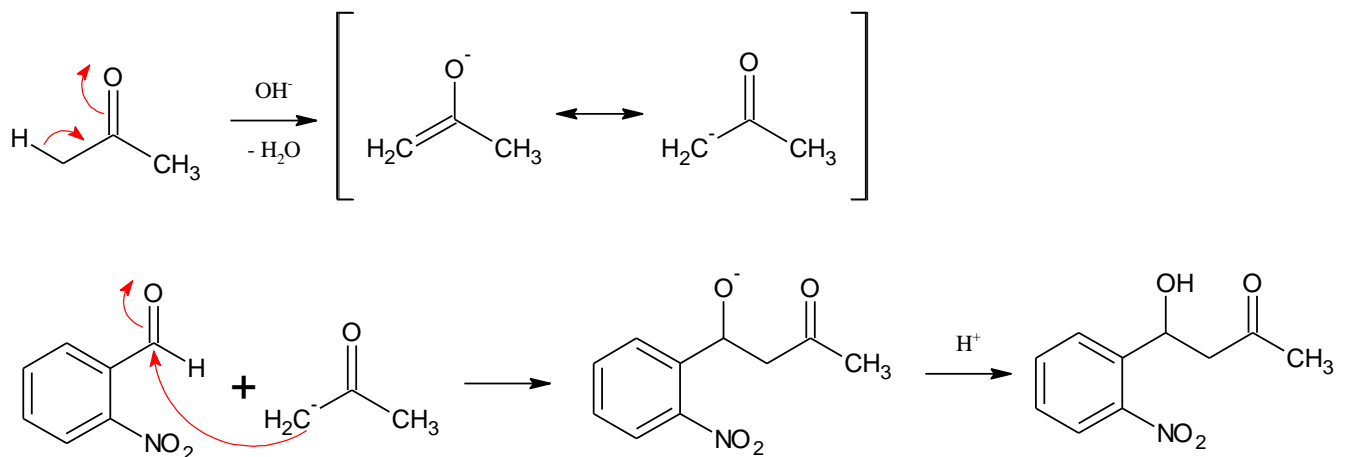


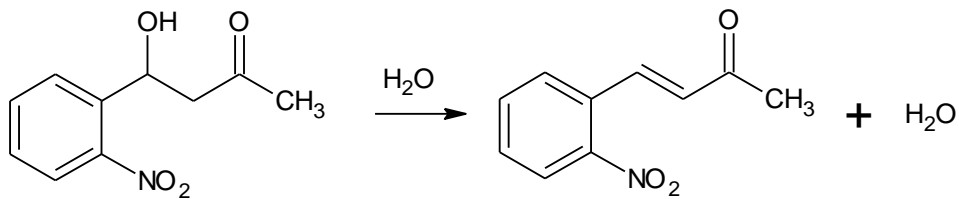
Abb. 14: Strukturformel des Indigos mit intramolekularen Wasserstoffbrückenbindungen.

Wegen des doppelt gekreuzten konjugierten Systems besitzt Indigo diese tiefblaue Farbe. Beide Indoxylteile besitzen jeweils einen Elektronenakzeptor (Antiauxochrom) (C=O) und einen Elektronendonator (Auxochrom) (-NH).

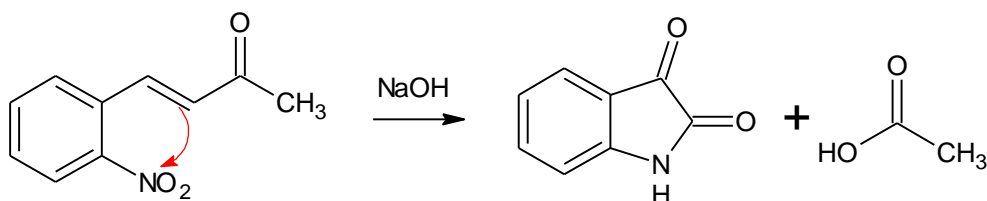
Der Mechanismus der Reaktion, die in diesem Versuch abläuft, ist nicht im Ganzen geklärt und daher nur in Teilen wiedergegeben.



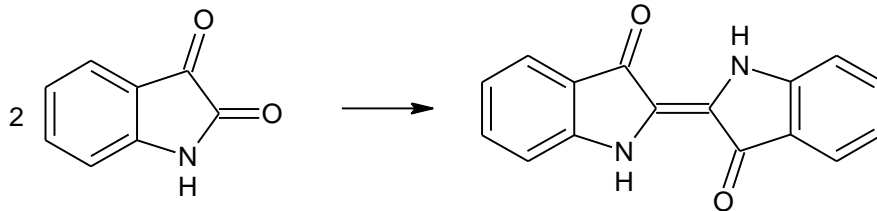
Zu Beginn reagieren 2-Nitrobenzaldehyd und Aceton miteinander unter Addition.



Daraufhin bewirkt die katalytische Wirkung des Wassers, dass ein Wassermolekül abgespalten, während sich eine Doppelbindung ausbildet.



Nach der Zugabe von Natronlauge wird in einem noch ungeklärten Mechanismus Isatin gebildet. Dies geschieht unter Abspaltung von Essigsäure.



Zum Schluss der Reaktion dimerisieren zwei Isatinmoleküle zu Indigo.

Der Färbeprozess beruht auf der Löslichkeit von Leukoindigo (Indigoweiß) in Wasser. Indigo dagegen ist nicht in Wasser löslich und kann daher erst nach Reduktion zu Leukoindigo in Lösung gebracht werden, um anschließend Stoffe damit einzufärben. Als Reduktionsmittel wird Natriumdithionit verwendet. Mit Natronlauge bildet es ein wasserlösliches Salz. Diese Umwandlung wird auch Verküpfung genannt. Das blaue Indigo wird durch Reduktion in das gelbe Leukoindigo umgewandelt. In diese Küpe wird der zu färbende Stoff eingetaucht und dann an der Luft aufgehängt, um die Verküpfung durch Oxidation wieder rückgängig zu machen. Gleichung (2) zeigt den chemischen Vorgang bei diesem Prozess.

Methodisch-Didaktische Analyse

1 Einordnung

Dieser Versuch kann zum Thema Farbstoffe, das im zweiten Halbjahr der Jahrgangsstufe 12 zum Hauptthema angewandte Chemie gehört, durchgeführt werden. Dieser Versuch wäre ein Beispiel für Färbetechniken, bei der der Farbstoff erst später auf dem Stoff gebildet wird. Dies stellt einen Gegensatz zu den sonstigen Methoden dar, die den Schülern bekannt sein dürften. Außerdem ist Indigo ein geschichtlich wertvoller Stoff, den schon die alten Ägypter zum Färben benutzt haben.

2 Aufwand

Der Versuch ist sowohl vom Aufbau als auch von den Chemikalien her gesehen nicht so besonders aufwändig. Er lässt sich in der Schule gut durchführen, wenn alle Chemikalien vorhanden sind. Er sollte jedoch nicht unbedingt in einer Einzelstunde durchgeführt werden, da Schüler oft ungeübt im Experimentieren sind und dies damit üben können. Der Versuch kann jedoch in einer kleinen Pause vor- und nachbereitet werden. Eine Durchführung lohnt sich in jedem Fall.

3 Durchführung

Die Durchführung kann, da alle Chemikalien für die Benutzung in der Sekundarstufe I zugänglich sind, als Schülerversuch erfolgen. Der Versuch sollte aber unbedingt in Kombination mit der Färbung durchgeführt werden, damit die Schüler das Ergebnis ihres hergestellten Farbstoffes testen können. Dazu empfiehlt es sich, wenn jeder Schüler ein Stück Stoff von zu Hause mitbringt.

Literatur

- [1] Wich, Peter: Herstellung und Anwendung von Indigo.
<http://www.experimentalchemie.de/versuch-007.htm>. (18.12.2008).
- [2] Soester Liste. Version 2.7.
- [3] Hessischer Lehrplan: Chemie. 2008.
- [4] Gossauer, Albert: Struktur und Reaktivität der Biomoleküle. Eine Einführung in die Organische Chemie. WILEY-VCH. Zürich 2006.
- [5] Beyer, Walter: Lehrbuch der Organischen Chemie. 24., überarbeitete Auflage mit 155 Abbildungen und 24 Tabellen. S. Hirzel Verlag. Stuttgart 2004.

- [6] Nodder, Frederick Polydor: Indigofera pratensis
<http://www.anbg.gov.au/gallery/indigofera-pratensis.html>. (09.01.2009).
- [7] Zellner, Theo: Färbergarten. <http://www.landkreis-cham.de/struktur/53/kreislehrgarten/Faerbergarten.asp>. (09.01.2009).
- [8] Seilnacht, Thomas: Indigo. <http://www.seilnacht.com/Lexikon/Indigo.htm>. (09.01.2009).